

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 730 880**

51 Int. Cl.:

C23C 14/34 (2006.01)

C23C 28/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **31.03.2009 PCT/JP2009/056706**

87 Fecha y número de publicación internacional: **17.12.2009 WO09150887**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **31.03.2009 E 09762318 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.06.2019 EP 2295616**

54 Título: **Capa de recubrimiento dura y método para la formación de la misma**

30 Prioridad:

09.06.2008 JP 2008150662

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

13.11.2019

73 Titular/es:

**KABUSHIKI KAISHA KOBE SEIKO SHO (50.0%)
2-4, Wakinohama-Kaigandori 2-chome, Chuo-ku
Kobe-shi, Hyogo 651-8585, JP y
ISCAR LTD. (50.0%)**

72 Inventor/es:

**YAMAMOTO, KENJI y
LAYYOUS ALBIR A.**

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 730 880 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Capa de recubrimiento dura y método para la formación de la misma

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a una capa de recubrimiento dura que se usa en aplicaciones que requieren una excelente resistencia al desgaste, tales como herramientas de corte y miembros deslizantes. La presente invención también se refiere a un método de formación de una capa de recubrimiento dura.

10

Antecedentes de la técnica

Dado que el SiC (carburo de silicio) tiene una dureza igual o mayor de 40 GPa y se espera que se aplique a herramientas de corte y similares, tiene una excelente resistencia a la oxidación y resistencia al desgaste en una forma de cerámica a granel. (Véase, por ejemplo, la Publicación de la Solicitud de Patente Japonesa abierta a Consulta por el Público nº 2007-90483 como el Documento Patente 1, y Knotek et al. "Amorfo SiC PVD Coatings", Diamond and Related Materials, 2 (1993), págs. 528-530 como el Documento no Patente 1.) En los párrafos [0031], [0035], primera y segunda realización etc. del Documento Patente 1, se excitan agrupamientos de iones desde un cuerpo sinterizado de SiC mediante el uso de un método de pulverización por RF con un magnetrón o similares, y el agrupamiento de iones generado se deposita sobre un sustrato, para formar una capa de recubrimiento de SiC sobre una superficie del sustrato. En el Documento no Patente 1, se forma una capa de recubrimiento de SiC mediante el uso de un método de galvanizado iónico por pulverización con un magnetrón. El documento no patente Lattermann et. al. "Investigation and characterization of silicio nitride and silicio carbide thin films" Surface and Coatings Technology 174-175 (2003) 365-369 divulga películas finas de SiC.

25

Divulgación de la invención

Problema técnico

Sin embargo, debido a que las capas de recubrimiento de SiC divulgadas en el Documento Patente 1 y en el Documento no Patente 1 son amorfas, las capas de recubrimiento amorfas de SiC no tienen una suficientemente elevada dureza y resistencia al desgaste. A pesar de que el Documento no Patente 1 describe que la capa de recubrimiento amorfa de SiC cristaliza cuando se trata con calor a una elevada temperatura, el Documento Patente 1 también describe que la capa de recubrimiento de SiC tiene un problema de generación de grietas en la capa de recubrimiento de SiC cuando cristaliza la capa de recubrimiento de SiC. Dicha capa de recubrimiento de SiC que tiene grietas en la misma no es adecuada para su uso práctico.

35

La presente invención se realizó en vista de esta situación, y un objeto de la presente invención es proporcionar una capa de recubrimiento dura que no tiene grietas en la misma y que tiene tanto una elevada dureza como una resistencia superior al desgaste. Otro objeto de la presente invención es proporcionar un método para la formación de la capa de recubrimiento dura.

40

Solución técnica

Habiendo analizado firmemente los problemas anteriores, los inventores averiguaron que puede formarse una película cristalina de SiC sin causar grietas controlando las condiciones de formación del recubrimiento de un método de PVD, y por lo tanto completaron la presente invención. Se aprecia que, en la presente invención, se entiende que "cristalino" tiene el ancho completo de la mitad del máximo de un pico de SiC igual o menor de 3 ° medido a entre 34 ° y 36 ° de ángulo de difracción cuando la difracción de rayos X (XRD) se lleva a cabo mediante el uso de un rayo de CuK α . El cristalino de la presente invención incluye no sólo los recubrimientos considerados sustancialmente de cristal de SiC, sino también los recubrimientos que forman una estructura compuesta que tiene el cristal de SiC y el SiC amorfo.

50

Esto es, la capa de recubrimiento dura según la Reivindicación 1 de la presente invención es una capa de recubrimiento dura que se forma mediante el uso del método de PVD y recubre un sustrato predeterminado. La capa de recubrimiento dura tiene una composición de Si $_x$ C $_{1-x-y-z}$ N $_y$ M $_z$ (donde 0,4 ≤ x ≤ 0,6, 0 ≤ y ≤ 0,1, y 0 ≤ z ≤ 0,2), donde el Si y el C son los componentes esenciales, y un elemento M (al menos un elemento seleccionado entre los elementos del grupo 3A, los elementos del grupo 4A, los elementos del grupo 5A, los elementos del grupo 6A, B, Al y Ru) y el N son los componentes opcionales, y un ancho completo de la mitad del máximo de un pico de SiC medido a entre 34 ° y 36 ° de ángulo de difracción es igual o menor de 3 ° cuando la difracción de rayos X (XRD) se lleva a cabo mediante el uso de un rayo de CuK α .

60

Mediante el uso de una capa de recubrimiento cristalina de SiC como un recubrimiento duro para el recubrimiento del sustrato, la dureza de la capa de recubrimiento dura mejora drásticamente, y una resistencia al desgaste superior. Mediante el dopaje con N en una cantidad en el intervalo especificado más arriba en la capa de recubrimiento dura, puede disminuirse sólo el módulo de Young de la capa de recubrimiento dura mientras se

65

mantiene la dureza de la capa de recubrimiento dura. Esto aumenta la cantidad de deformación elástica cuando se aplica una tensión externa en la capa de recubrimiento dura, suprimiendo así la aparición de una grieta o similar en la capa de recubrimiento dura. Dado que el elemento M se une fuertemente al C y al N, es decir, a elementos no metálicos, la dureza de la capa de recubrimiento dura puede mejorarse mediante el dopaje del elemento M en la capa de recubrimiento dura en el intervalo especificado.

En la capa de recubrimiento dura según la Reivindicación 1, la capa de recubrimiento dura según la Reivindicación 2 de la presente invención se caracteriza que la estructura cristalina del $\text{Si}_x\text{C}_{1-x-y-z}\text{N}_y\text{M}_z$, pertenece al sistema cristalino cúbico.

Esta estructura puede mejorar la dureza de la capa de recubrimiento dura.

La capa de recubrimiento dura según la Reivindicación 3 de la presente invención se forma mediante un método de PVD. La capa de recubrimiento dura según la Reivindicación 3 tiene una estructura donde al menos una primera capa de recubrimiento y al menos una segunda capa de recubrimiento están dispuestas estratificadas alternativamente. La primera capa de recubrimiento es una capa de recubrimiento dura que se forma en la superficie del sustrato predeterminado que recubre el sustrato. La primera capa de recubrimiento está hecha de un nitruro, de un carbonitruro o de un carburo que contiene al menos un elemento seleccionado entre los elementos del grupo 4A, los elementos del grupo 5A y los elementos del grupo 6A como un componente esencial, y contiene al menos un elemento seleccionado entre los elementos del grupo 3A, Si, Al y B como un componente opcional. La segunda capa de recubrimiento tiene una composición de $\text{Si}_x\text{C}_{1-x-y-z}\text{N}_y\text{M}_z$ (donde $0,4 \leq x \leq 0,6$, $0 \leq y \leq 0,1$, y $0 \leq z \leq 0,2$), donde el Si y el C son los componentes esenciales, y donde los elementos M (al menos un elemento seleccionado entre los elementos del grupo 3A, los elementos del grupo 4A, los elementos del grupo 5A, los elementos del grupo 6A, B, Al y Ru) y el N son los componentes opcionales. Un ancho completo de la mitad del máximo de un pico de SiC medido a entre 34° y 36° de ángulo de difracción es igual o menor de 3° cuando la difracción de rayos X se lleva a cabo mediante el uso de un rayo de CuKa.

En comparación con la segunda capa de recubrimiento dura, la combinación química que constituye las primeras capas de recubrimiento tiene una adhesividad superior al sustrato. Por lo tanto, con la configuración anterior, se mejora la adhesividad entre el sustrato y la capa de recubrimiento dura. Además, cuando la presente invención se aplica en herramientas de corte, la deformación del sustrato por una fuerza externa se reduce, dado que la primera capa de recubrimiento tiene una dureza mayor que la de las aleaciones duras o la del acero de herramientas de alta velocidad usado para las herramientas de corte. Como resultado, es posible prevenir el agrietamiento o el descamado de la totalidad de la capa de recubrimiento dura, y por lo tanto puede obtenerse una excelente durabilidad. La dureza de la totalidad de la capa de recubrimiento dura mejora mucho más, debido a que la estructura interfacial es introducida en la capa de recubrimiento dura cuando se crea la capa de recubrimiento dura, de forma que tenga una estructura multiestratificada que tiene dos o más capas de la primera película y de la segunda película.

En la presente invención, la invención según la Reivindicación 4 y la Reivindicación 5 se refiere a un método para la formación de la capa de recubrimiento dura según la Reivindicación 1 y la Reivindicación 2, y simultáneamente, la invención según la Reivindicación 4 y la Reivindicación 5 se refiere a un método para la formación de la segunda capa de recubrimiento que forma la capa de recubrimiento dura de la Reivindicación 3.

Esto es, un método según la Reivindicación 4 de la presente invención se refiere al método de formación de una capa de recubrimiento dura en una superficie de un sustrato, caracterizado por que la capa de recubrimiento dura tiene una composición de $\text{Si}_x\text{C}_{1-x-y-z}\text{N}_y\text{M}_z$ (donde $0,4 \leq x \leq 0,6$, $0 \leq y \leq 0,1$ y $0 \leq z \leq 0,2$) en la superficie del sustrato predeterminado, donde M es al menos un elemento seleccionado entre los elementos del grupo 3A, los elementos del grupo 4A, los elementos del grupo 5A, los elementos del grupo 6A, B, Al y Ru; y un ancho completo de la mitad del máximo de un pico de SiC medido a entre 34° y 36° de ángulo de difracción es igual o menor de 3° cuando la difracción de rayos X (XRD) se lleva a cabo mediante el uso de un rayo de CuKa, y en el que la capa de recubrimiento dura se forma en la superficie del sustrato mediante el uso de un método de PVD en el que el sustrato se está manteniendo a una temperatura predeterminada de entre 400°C y 800°C , y a un voltaje de polarización predeterminado de entre 30 y 300 V que está siendo aplicado al sustrato.

Este método permite la formación de la capa de recubrimiento dura cristalina que tiene una elevada dureza sin causar grietas debido a que la película se forma mediante el uso del método de PVD manteniendo el sustrato a la temperatura predeterminada y aplicando el voltaje de polarización predeterminado.

La invención según la Reivindicación 5 de la presente invención usa un método de pulverización con magnetrón como el método de PVD, y puede obtener un efecto significativo de formación de la capa de recubrimiento dura cristalina que tiene la elevada dureza y poco agrietamiento.

La invención según la Reivindicación 6 de la presente invención se refiere a un método de formación de la primera capa de recubrimiento que compone la capa de recubrimiento dura de la Reivindicación 3 de la presente invención. Esto es, el método según la Reivindicación 6 de la presente invención para la formación de la capa de recubrimiento

5 dura se caracteriza por que se forma una capa de recubrimiento dura adicional que está hecha de un nitruro, de un carbonitruro o de un carburo que contiene al menos un elemento seleccionado entre los elementos del grupo 4A, los elementos del grupo 5A y los elementos del grupo 6A como un componente esencial, y al menos un elemento seleccionado entre los elementos del grupo 3A, Si, Al y B como un componente opcional. Aquí, la "capa de recubrimiento dura adicional" se corresponde con la primera capa de recubrimiento.

Este método permite la formación de la capa de recubrimiento dura adicional (la primera capa de recubrimiento) que tiene una excelente adhesividad al sustrato.

10 La invención según la Reivindicación 7 de la presente invención se caracteriza por que, en el método según la Reivindicación 6 para la formación de la capa de recubrimiento dura, se alternan repetidamente una operación de formación de la capa de recubrimiento dura adicional y una operación de formación de la capa de recubrimiento dura en una pluralidad de veces.

15 Este método permite la formación de la capa de recubrimiento dura que tiene la mayor dureza que se va a formar debido a que se introducen muchas más estructuras interfaciales en la capa de recubrimiento dura.

Efectos de la invención

20 Según la Reivindicación 1 y la Reivindicación 2, dado que la capa de recubrimiento de SiC tiene una elevada dureza y no se forman grietas en el sustrato, puede obtenerse la excelente resistencia al desgaste. Según la Reivindicación 3, puede obtenerse una capa de recubrimiento dura que tiene una excelente adhesividad dado que la primera capa de recubrimiento se forma en la superficie del sustrato y dado que la película de SiC como la segunda capa de recubrimiento que tiene una elevada dureza se forma en la primera capa de recubrimiento. Además, la dureza de la
25 totalidad de la capa de recubrimiento dura puede mejorar adicionalmente por tener una estructura en la que al menos las dos primeras capas de recubrimiento y al menos las dos segundas capas de recubrimiento están estratificadas.

30 Mediante el uso de cada método según la Reivindicación 4 y la Reivindicación 5, para la formación de la capa de recubrimiento dura, pueden formarse la capa de recubrimiento dura cristalina que tiene la elevada dureza y la excelente resistencia al desgaste sin causar grietas. Mediante el uso del método según la Reivindicación 6 para la formación de la capa de recubrimiento dura, puede formarse la capa de recubrimiento dura que tiene la excelente adhesividad al sustrato debido a que se forma la capa de recubrimiento dura adicional, es decir, la primera capa de recubrimiento. Mediante el uso del método según la Reivindicación 7 para la formación de la capa de recubrimiento
35 dura, puede formarse la capa de recubrimiento dura que tiene la mayor dureza debido a una estructura multiestratificada que tiene la pluralidad de las capas de recubrimiento duras y las capas de recubrimiento duras adicionales.

Breve descripción de los dibujos

40 La FIG. 1A es una vista en sección transversal esquemática de un miembro que tiene una capa de recubrimiento dura según una primera realización de la presente invención; la FIG. 1B es una vista en sección transversal esquemática de un miembro que tiene una capa de recubrimiento dura según una segunda realización de la presente invención; y la FIG. 1C es una vista en sección transversal esquemática de un miembro que tiene una
45 capa de recubrimiento dura según una tercera realización de la presente invención.

La FIG. 2 es un diagrama esquemático de un aparato de recubrimiento duro de capa múltiple de la invención; y la FIG. 3 es un esquema de XRD de una muestra en la que se forma un recubrimiento de TiAlN y un recubrimiento de SiC cristalino cúbico en la superficie de un sustrato compuesto por carburo cementado.

50 Explicación de la referencia

1A, 1B, 1C	miembro
2	sustrato
3	capa de recubrimiento dura (estructura de capa sencilla)
4	primera capa de recubrimiento
5	segunda capa de recubrimiento
6	capa de recubrimiento dura (estructura de capa doble)
7	capa de recubrimiento dura (estructura de capa múltiple)
10	cámara
12	mecanismo de suministro de gas
14	fase
16	calentador
18	fuelle de vapor de pulverización
22	fuelle de vapor de arco
24	fuelle de alimentación de polarización
26	fuelle de alimentación de pulverización

28 fuente de alimentación de arco
100 aparato de formación de la capa de recubrimiento compleja

Mejor modo para llevar a cabo la invención

[Primera realización]

- 5 La FIG. 1A es una vista en sección esquemática de un miembro 1A que tiene una capa de recubrimiento dura según una primera realización de la presente invención. El miembro 1A tiene una estructura en la que la superficie de un sustrato 2 está recubierta por una capa de recubrimiento dura 3.
- 10 Se usa adecuadamente un material metálico, tal como una aleación con base de hierro y carburo cementado, cermet, y cerámica, como el sustrato 2. En particular, el carburo cementado puede usarse preferentemente como el sustrato 2 cuando se usa el miembro 1A como una herramienta de corte.
- 15 La capa de recubrimiento dura 3 tiene una estructura de capa sencilla. La capa de recubrimiento dura 3 tiene una composición de $\text{Si}_x\text{C}_{1-x-y-z}\text{N}_y\text{M}_z$ (donde $0,4 \leq x \leq 0,6$, $0 \leq y \leq 0,1$, y $0 \leq z \leq 0,2$) que tiene el Si (silicio) y el C (carbono) como los componentes esenciales y el N (nitrógeno) y un elemento M como los componentes opcionales. El elemento M es al menos un elemento seleccionado entre los elementos del grupo 3A, los elementos del grupo 4A, los elementos del grupo 5A y los elementos del grupo 6A, B, Al y Ru de la tabla periódica.
- 20 La capa de recubrimiento dura 3 es cristalina. Se aprecia que se entiende que "cristalina" tiene un ancho completo de la mitad del máximo (FWHM) de un pico de SiC igual o menor de 3° medido a entre (2θ) 34° y 36° de ángulo de difracción cuando la difracción de rayos X (XRD) se mide mediante el uso de un rayo de CuKa. "Cristalino" incluye no solo aquellos considerados sustancialmente como un cristal de SiC, sino también una organización compleja en la que coexisten el cristal de SiC y el SiC amorfo. Para ser más específicos, el pico medido a entre 34° y 36° se corresponde con un pico para una cara [111] de un SiC de cristal cúbico. La capa de recubrimiento dura 3 formada por el $\text{Si}_x\text{C}_{1-x-y-z}\text{N}_y\text{M}_z$ muestra una elevada dureza si la estructura cristalina del $\text{Si}_x\text{C}_{1-x-y-z}\text{N}_y\text{M}_z$ pertenece al sistema cristalino cúbico.
- 25 Con objeto de hacer cristalina la capa de recubrimiento dura 3, la proporción atómica x del Si se establece entre 0,4 y 0,6. Si fuera necesario, se añade N en la capa de recubrimiento dura 3. El N se solubiliza en sólido en el $\text{Si}_x\text{C}_{1-x}$ y ocupa un sitio del C. Es posible reducir sólo el módulo de Young mientras se mantiene la dureza de la capa de recubrimiento dura 3 estableciendo una proporción atómica y del N a entre $0 < y \leq 0,1$ y haciendo la composición de la capa de recubrimiento dura 3 como $\text{Si}_x\text{C}_{1-x-y}\text{N}_y$. Si el módulo de Young de la capa de recubrimiento dura 3 disminuye, se impide el agrietamiento en la capa de recubrimiento dura 3, dado que la deformación elástica de la
- 30 capa de recubrimiento dura 3 aumenta cuando se aplica una tensión externa en la misma. La dureza de la capa de recubrimiento dura 3 disminuye, dado que la capa de recubrimiento dura 3 está amorfizada si la proporción atómica y del N excede 0,1. Por lo tanto, la proporción atómica y se establece igual o menor de 0,1 cuando se añade N a la capa de recubrimiento dura 3. Más preferentemente, la proporción atómica y del N se establece para que sea igual o menor de 0,05.
- 35 El elemento M se une firmemente a los elementos no metálicos C y N. La dureza de la capa de recubrimiento dura 3 puede mejorarse haciendo la composición de la capa de recubrimiento dura 3 $\text{Si}_x\text{C}_{1-x-y}\text{M}_z$ donde la proporción atómica z del elemento M se establece en $0 < z \leq 0,2$. La dureza de la capa de recubrimiento dura 3 disminuye si la proporción atómica z del elemento M excede 0,2. Por lo tanto, la proporción atómica z se establece igual o menor de 0,2 si se añade el elemento M en la capa de recubrimiento dura 3. Más preferentemente, la proporción atómica z del elemento M se establece igual o menor de 0,05. Preferiblemente, los elementos M son B, Cr, V y Ti. Entre estos elementos, el más preferible es el B.
- 40 Pueden obtenerse dos efectos, es decir, un efecto del N añadido en la capa de recubrimiento dura 3 y un efecto del elemento M añadido en la capa de recubrimiento dura 3, mediante el dopaje tanto del N como del elemento M en $\text{Si}_x\text{C}_{1-x}$ para establecer la composición de la capa de recubrimiento dura 3 como $\text{Si}_x\text{C}_{1-x-y-z}\text{N}_y\text{M}_z$.
- 45 Es preferible que, en $\text{Si}_x\text{C}_{1-x-y-z}\text{N}_y\text{M}_z$, la cantidad total (y + z) de la proporción atómica y del N, y la proporción atómica z del elemento M, se establezca igual o menor de 0,1 con objeto de mantener la capa de recubrimiento dura 3 de la estructura cristalina cúbica.
- 50 El espesor de la capa de recubrimiento dura 3 es determinado apropiadamente según una aplicación prevista del miembro 1A. Por ejemplo, si el miembro 1A es aplicado en una herramienta de corte tal como un injerto, un taladro y una fresa escariadora, es preferible que el espesor de la capa de recubrimiento dura 3 sea igual o mayor de 0,5 μm . Si el miembro 1A se usa como una plantilla y una herramienta para una coquilla de moldeo y un instrumento de perforación, es preferible que el espesor de la capa de recubrimiento dura 3 sea igual o mayor de 1 μm . Es preferible que el espesor de la capa de recubrimiento dura 3 sea igual o menor de 5 μm desde el punto de vista de mejorar la productividad en un proceso de recubrimiento explicado como sigue.
- 60

La capa de recubrimiento dura 3 se forma mediante el uso de un método de PVD usando un componente de la composición de una capa de recubrimiento dura 3 prevista. En el método de PVD, se usa siempre un objetivo formado por un componente predeterminado. El objetivo usado aquí no incluye necesariamente todos los componentes que se van a incluir en la composición de la capa de recubrimiento dura 3 prevista. Algunos componentes pueden ser suministrados con gas a una atmósfera de procesado. “El uso de un componente de la composición de una capa de recubrimiento dura 3 prevista” significa que el componente de la composición de la capa de recubrimiento dura 3 está incluido en el objetivo de la pulverización o en el gas.

El método de PVD descrito más arriba puede ser un método de galvanizado por arco iónico de descarga catódica que usa un objetivo de SiC, o un método de deposición de vapor reactivo, que funde y evapora el Si mediante el uso de un haz de electrones en una atmósfera de un hidrocarburo. Puede usarse un método de pulverización con magnetrón para favorecer la cristalización de la capa de recubrimiento dura 3 mediante una radiación de iones. Con ese fin, es particularmente preferible un método de pulverización con magnetrón asimétrico. En el método de pulverización con magnetrón asimétrico, la radiación de iones al sustrato 2 se mejora rompiendo el equilibrio de imanes dispuestos en la parte trasera del objetivo de la pulverización de forma intencionada. El método para la formación de una capa de recubrimiento de la presente invención se explicará a continuación ejemplificando el método de pulverización con magnetrón.

En el método de pulverización con magnetrón para la formación de la capa de recubrimiento dura 3, se usa un objetivo de la pulverización que contiene al menos Si, que es el componente esencial de la composición de la capa de recubrimiento dura 3, es decir, $\text{Si}_x\text{C}_{1-x-y-z}\text{N}_y\text{M}_z$. Se usa otro objetivo de la pulverización o gas como una fuente de otros componentes no contenidos en el objetivo de la pulverización que contiene al menos Si. Si el objetivo de la pulverización que contiene al menos Si contiene uno o ambos de C y N, el gas que contiene el C y el gas que contiene el N pueden usarse conjuntamente. La estructura general de un aparato de pulverización con magnetrón que puede usarse adecuadamente cuando se forma la capa de recubrimiento dura 3 se explicará con detalle en las realizaciones descritas posteriormente.

Se explicará un ejemplo específico de formación de la capa de recubrimiento dura cristalina 3 que tiene una composición de $\text{Si}_x\text{C}_{1-x}$ (donde $0,4 \leq x \leq 0,6$) en la superficie del sustrato 2. En primer lugar, se mantiene la temperatura del sustrato 2 en un intervalo predeterminado de entre 400 °C y 800 °C bajo una atmósfera descomprimida predeterminada y se mantiene el estado del sustrato en el que se aplica un voltaje de polarización predeterminado en un intervalo de entre -30 V y -300 V. En este estado se forma la capa de recubrimiento dura 3 en la superficie del sustrato 2 mediante el uso del método de pulverización con magnetrón con un objetivo de la pulverización que es un cuerpo sinterizado que tiene la composición de $\text{Si}_x\text{C}_{1-x}$.

Es probable que se forme una capa de recubrimiento amorfa de $\text{Si}_x\text{C}_{1-x}$ si la temperatura del sustrato 2 está por debajo de 400 °C cuando se forma la capa de recubrimiento dura 3. Por otro lado, si la temperatura del sustrato 2 excede los 800 °C, aumenta la posibilidad de causar un deterioro térmico en el sustrato 2. Por lo tanto, la temperatura del sustrato 2 se mantiene en el intervalo predeterminado de entre 400 °C y 800 °C.

Con objeto de acelerar la cristalización de la capa de recubrimiento dura 3, es preferible establecer la temperatura del sustrato 2 igual o mayor de 500 °C. Desde un punto de vista de impedir el deterioro térmico del sustrato 2, es preferible mantener la temperatura del sustrato 2 igual o menor de 700 °C.

Los iones generados mediante el método de pulverización con magnetrón no pueden ser completamente acelerados y no pueden ser impactados sobre el sustrato 2 si un valor absoluto del voltaje de polarización aplicado en el sustrato 2 es menor de 30 V. En este caso es probable que se forme una capa de recubrimiento amorfa de $\text{Si}_x\text{C}_{1-x}$. Por otro lado, si se aplica un voltaje de polarización que tiene un valor absoluto que excede los 300 V al sustrato 2, la capa de recubrimiento de $\text{Si}_x\text{C}_{1-x}$ que se va a formar se vuelve amorfa y se ablanda debido a que el impacto de los iones durante el proceso de formación de la capa de recubrimiento dura es demasiado fuerte. Además, existe un problema, que la tasa de deposición de la formación de la capa de recubrimiento dura disminuye debido a que la temperatura del sustrato 2 aumenta y el efecto decapante de los iones aumenta.

No es necesario usar el cuerpo sinterizado que tiene la composición de $\text{Si}_x\text{C}_{1-x}$ como el objetivo de la pulverización cuando se forma la capa de recubrimiento dura 3 con la composición de $\text{Si}_x\text{C}_{1-x}$. Por ejemplo, es posible llevar a cabo el método de pulverización con magnetrón mediante el uso de un objetivo de la pulverización que sea un cuerpo sinterizado hecho únicamente de Si, y suministrando el gas que contiene carbono (por ejemplo, acetileno (C_2H_2) y metano (CH_4) etc.) como una fuente de C en la atmósfera del proceso de pulverización.

Incluso si el objetivo de la pulverización incluye todos los componentes, puede suministrarse un gas que incluya los componentes específicos en la atmósfera del proceso de pulverización para llevar a cabo el método de pulverización con magnetrón. En este caso, es posible formar la capa de recubrimiento dura 3 que tiene una composición diferente de la composición del objetivo de la pulverización. Por ejemplo, el método de pulverización con magnetrón puede llevarse a cabo mediante el uso de un objetivo de la pulverización que es un cuerpo sinterizado con una composición de SiC (donde $x = 0,5$ en $\text{Si}_x\text{C}_{1-x}$) y suministrando un gas que contiene carbono en la atmósfera de pulverización como la fuente de C. Al hacerlo de esta forma, puede formarse la capa de recubrimiento dura 3 con una composición

de $\text{Si}_x\text{C}_{1-x}$ ($0,4 \leq x < 0,5$).

5 Con objeto de formar la capa de recubrimiento dura 3 que tiene una composición de $\text{Si}_x\text{C}_{1-x-y-z}\text{N}_y$ ($0 < y \leq 0,1$) mediante la adición de N, por ejemplo, el método de pulverización con magnetrón puede llevarse a cabo mediante el uso de un cuerpo sinterizado de $\text{Si}_x\text{C}_{1-x-y-z}\text{N}_y$ como un objetivo de la pulverización. Alternativamente, el método de pulverización con magnetrón puede llevarse a cabo mediante el uso de un cuerpo sinterizado de SiC como un objetivo de la pulverización y suministrar N_2 gaseoso como una fuente de N en la atmósfera de procesado. Además, como alternativa, el método de pulverización con magnetrón puede llevarse a cabo mediante el uso de un objetivo de la pulverización formado por Si, y suministrando el gas que contiene carbono como la fuente de C y el N_2 gaseoso como la fuente de N.

15 Con objeto de formar la capa de recubrimiento dura 3 que tiene una composición de $\text{Si}_x\text{C}_{1-x-y-z}\text{M}_z$, ($0 < z \leq 0,2$) mediante la adición del elemento M, por ejemplo, el método de pulverización con magnetrón puede llevarse a cabo mediante el uso de un objetivo de la pulverización de un cuerpo sinterizado de $\text{Si}_x\text{C}_{1-x-y-z}\text{M}_z$. Alternativamente, el método de pulverización con magnetrón puede llevarse a cabo mediante el uso del objetivo de la pulverización del cuerpo sinterizado de $\text{Si}_x\text{C}_{1-x}$ y el objetivo de la pulverización hecho del elemento M simultáneamente. Además, como alternativa, el método de pulverización con magnetrón puede llevarse a cabo mediante el uso del objetivo de la pulverización hecho de Si y el objetivo de la pulverización hecho del elemento M, y suministrando el gas que contiene carbono como la fuente de C en la atmósfera de procesado.

20 Con objeto de formar la capa de recubrimiento cristalina dura 3 que tiene la composición de $\text{Si}_x\text{C}_{1-x-y-z}\text{N}_y\text{M}_z$, (donde $0 < y \leq 0,1$ y $0 < z \leq 0,2$) mediante la adición de N y del elemento M, el método de pulverización con magnetrón puede llevarse a cabo suministrando el N_2 gaseoso como la fuente de N en la atmósfera de procesado en el método mencionado anteriormente para la formación de la película formada por $\text{Si}_x\text{C}_{1-x-z}\text{M}_z$ ($0 < z \leq 0,2$). Alternativamente, el método de pulverización con magnetrón puede llevarse a cabo mediante el uso de un cuerpo sinterizado de $\text{Si}_x\text{C}_{1-x-y-z}\text{N}_y\text{M}_z$ como un objetivo de la pulverización.

[Segunda realización]

30 La FIG. 1B es una vista esquemática en sección transversal de un miembro 1B que tiene una capa de recubrimiento dura según una segunda realización de la invención. El miembro 1B tiene una estructura en la que la superficie del sustrato 2 está recubierta con una capa de recubrimiento dura 6. La capa de recubrimiento dura 6 tiene una estructura de capa doble que tiene una primera capa de recubrimiento 4 formada sobre la superficie del sustrato 2 y una segunda capa de recubrimiento 5 proporcionada en la primera capa de recubrimiento 4.

35 El sustrato 2 incluido en el miembro 1B es el mismo que el sustrato 2 incluido en el miembro 1A (mostrado en la FIG. 1A). La segunda capa de recubrimiento 5 incluida en la capa de recubrimiento dura 6 es sustancialmente la misma que la capa de recubrimiento dura 3 incluida en el miembro 1A (mostrada en la FIG. 1A). Esto es, puede considerarse que el miembro 1B tiene una estructura en la que una capa que se corresponde con la primera capa de recubrimiento 4 está interpuesta entre el sustrato 2 incluido en el miembro 1A y la capa de recubrimiento dura 3. En lo sucesivo se omitirá una explicación detallada del sustrato 2 y de la segunda capa de recubrimiento 5.

45 La primera capa de recubrimiento 4 está formada por nitruro, nitruro de carbono o carburo, que contiene al menos uno de los elementos seleccionados entre los elementos del grupo 4A, los elementos del grupo 5A, los elementos del grupo 6A como componentes esenciales, y contiene al menos uno de los elementos seleccionados entre los elementos del grupo 3A, Si, Al y B como componentes opcionales. La primera capa de recubrimiento 4 descrita anteriormente tiene una adhesividad más excelente en el sustrato 2 que la segunda capa de recubrimiento 5. La segunda capa de recubrimiento 5 tiene una mejor adhesividad a la primera capa de recubrimiento 4 que al sustrato 2. Consecuentemente, la capa de recubrimiento dura 6 muestra la excelente adhesividad al sustrato 2 debido a que la primera capa de recubrimiento 4 está provista en la superficie del sustrato 2. Esto es, puede decirse que el miembro 1B es un miembro cuya adhesividad está mejorada entre el sustrato 2 y la capa de recubrimiento dura 3 en el anteriormente mencionado miembro 1A. Los miembros de fricción de herramientas de corte, de plantillas y de herramientas, muestran una excelente durabilidad cuando en los mismos se aplica la configuración del miembro 1B.

55 Es preferible que la primera capa de recubrimiento 4 sea un nitruro que tenga al menos uno de Ti y Cr como componentes esenciales, y que tenga al menos uno de los elementos seleccionados entre Y, Al y Si como componentes opcionales. Para ser específicos, es preferible que la primera capa de recubrimiento 4 sea una de TiN, CrN, TiC, TiAlN, CrAlN, TiCrAlN, TiCrAlSiN, TiAlSiN y TiCrAlSiYN. Entre estos nitruros, CrN, TiAlN, CrAlN, TiCrAlN, TiCrAlSiN, TiAlSiN, y TiCrAlSiYN, conteniendo cada uno Cr o Al, son adecuados para su aplicación en las herramientas de corte. Esto es debido a que, si la primera capa de recubrimiento 4 está formada por un compuesto de Ti y componentes opcionales, y si la primera capa de recubrimiento no incluye Al, la resistencia a la oxidación de la primera capa de recubrimiento 4 disminuye y se produce una degradación por oxidación; disminuyendo por lo tanto la capacidad de corte de una herramienta de corte que usa la primera capa de recubrimiento 4.

65 Si la primera capa de recubrimiento 4 es demasiado delgada, el efecto de la mejorada adhesividad al sustrato 2

puede no obtenerse sustancialmente. Por lo tanto, es preferible que el espesor de la primera capa de recubrimiento 4 sea igual o mayor de 5 nm. Según se muestra en el miembro 1B en la FIG. 1B, si únicamente se forma una capa de la primera capa de recubrimiento 4 en la superficie del sustrato 2 y si únicamente se forma una capa de la segunda capa de recubrimiento 5 en la primera capa de recubrimiento 4, es preferible que el espesor de la primera capa de recubrimiento 4 sea igual o mayor de 1 μm , y es más preferible que el espesor de la primera capa de recubrimiento 4 sea igual o mayor de 2 μm . Sin embargo, si el espesor de la primera capa de recubrimiento 4 excede los 7 μm , es probable que la primera capa de recubrimiento 4 se descame debido a la tensión de la primera capa de recubrimiento 4. Por lo tanto, es preferible que el espesor de la primera capa de recubrimiento 4 sea igual o menor de 7 μm . El espesor de la segunda capa de recubrimiento 5 es el mismo que el espesor de la capa de recubrimiento dura 3 formada en el miembro 1A descrito anteriormente.

Un método de galvanizado de arco iónico que usa un objetivo que tiene la composición de la primera capa de recubrimiento 4 es adecuado para la formación de la primera capa de recubrimiento 4 en la superficie del sustrato 2. La segunda capa de recubrimiento 5, que es una capa de recubrimiento de $\text{Si}_x\text{C}_{1-x-y-z}\text{N}_y\text{M}_z$, está formada sobre la primera capa de recubrimiento 4 mediante el uso del método de pulverización con magnetrón. En este caso, es preferible el uso de un aparato de formación de la capa de recubrimiento que pueda llevar a cabo selectivamente el método de pulverización con magnetrón o el método de galvanizado de arco iónico en el sustrato 2 montado en su cámara. La tasa de deposición puede aumentarse mediante el uso de dicho aparato de formación de la capa de recubrimiento debido a que la segunda capa de recubrimiento 5 puede ser formada sin mover el sustrato 2 después de la formación de la primera capa de recubrimiento 4. Se aprecia que también puede usarse un método de CVD para formar la primera capa de recubrimiento 4.

[Tercera realización]

La FIG. 1C es una vista esquemática en sección transversal de un miembro que tiene una capa de recubrimiento dura según una tercera realización de la presente invención. El miembro 1C tiene una estructura en la que la superficie del sustrato 2 está recubierta por una capa de recubrimiento dura 7. La capa de recubrimiento dura 7 tiene una estructura de capa múltiple en la que la primera capa de recubrimiento 4 y la segunda capa de recubrimiento 5 están laminadas alternativamente. La primera capa de recubrimiento 4 y la segunda capa de recubrimiento 5 incluidas en la capa de recubrimiento dura 7 son sustancialmente la misma que la primera capa de recubrimiento 4 y la segunda capa de recubrimiento 5 respectivamente, que están incluidas en la capa de recubrimiento dura 6 formada en el miembro 1B descrito anteriormente. La primera capa de recubrimiento 4 que tiene una excelente adhesividad sobre el sustrato 2 está formada sobre la superficie del sustrato 2. Dado que la composición y la estructura cristalina de la primera capa de recubrimiento 4 y de la segunda capa de recubrimiento 5, y los materiales etc., para su producción se han descrito más arriba, en lo sucesivo la explicación de los mismos será omitida.

La "estructura de capa múltiple" es una estructura en la que el número total de capas de la primera capa de recubrimiento 4 y de la segunda capa de recubrimiento 5 es igual o mayor de tres. Debido a que es preferible formar la segunda capa de recubrimiento 5 que tiene una excelente resistencia al desgaste como una capa superficial superior cuando se aplica el miembro 1C en herramientas de corte, es preferible que el número total de capas de la primera capa de recubrimiento 4 y de la segunda capa de recubrimiento 5 en la capa de recubrimiento dura 7 sea un número par igual o mayor de cuatro. Debido a que la capa de recubrimiento dura 7 tiene una estructura en la que se introducen muchas estructuras interfaciales, la dureza de la capa de recubrimiento dura 7 es aumentada y se mejora la resistencia al desgaste. Por lo tanto, las herramientas de corte o similares que usan el miembro 1C tienen una excelente durabilidad.

Es preferible que cada espesor de la primera capa de recubrimiento 4 y de la segunda capa de recubrimiento 5 sea lo suficientemente pequeño con respecto al espesor total de la capa de recubrimiento dura 7. La dureza de la capa de recubrimiento dura 7 puede aumentarse mediante la formación de muchas estructuras interfaciales en el interior de la capa de recubrimiento dura 7. Es preferible que tanto el espesor de la primera capa de recubrimiento 4 como el espesor de la segunda capa de recubrimiento 5 estén en el intervalo de entre 5 nm y 500 nm, y más preferentemente en el intervalo de entre 10 nm y 30 nm. No es necesario que el espesor de la primera capa de recubrimiento 4 sea el mismo que el de la segunda capa de recubrimiento 5. Si se forma una pluralidad de las primeras capas de recubrimiento 4, no es necesario que el espesor de cada primera capa de recubrimiento 4 sea el mismo. También, si se forma una pluralidad de las segundas capas de recubrimiento 5, no es necesario que el espesor de cada segunda capa de recubrimiento 5 sea el mismo. No es necesario que la composición de cada una de la pluralidad de las primeras capas de película 4 sea la misma. Tampoco es necesario que la composición de cada una de la pluralidad de las segundas capas de recubrimiento 5 sea la misma. Es preferible que la composición, el espesor y el número de laminaciones de la primera capa de recubrimiento 4 y de la segunda capa de recubrimiento 5 se establezcan de forma apropiada para que se reduzca la tensión interna en la capa de recubrimiento dura 7 causada debido a la estructura de capas múltiples.

Como se ha explicado previamente, es preferible que la primera capa de recubrimiento 4 se forme mediante el uso del método de galvanizado de arco iónico, y que la segunda capa de recubrimiento 5 se forme mediante el uso del método de pulverización con magnetrón. La capa de recubrimiento dura 7 se forma mediante la formación de la primera capa de recubrimiento 4 y la segunda capa de recubrimiento 5 en un número predeterminado de veces.

[Ejemplos]

A continuación se explicarán algunos ejemplos de la invención. Se aprecia que la invención no está limitada a los siguientes ejemplos. En los siguientes ejemplos se fabrican y se evalúan las muestras que tienen las estructuras del miembro 1B y 1C.

«Formación de una capa de recubrimiento dura en la superficie de un sustrato»

[Esquema del aparato de formación de la capa de recubrimiento]

La FIG. 2 es un diagrama esquemático de un aparato de formación de la capa de recubrimiento compleja 100 usado para formar la primera capa de recubrimiento 4 y la segunda capa de recubrimiento 5 en el sustrato. El aparato de formación de la capa de recubrimiento compleja 100 incluye una cámara 10, una bomba de vacío (no mostrada en el dibujo), un mecanismo de suministro de gas 12, una fase 14, un calentador 16, una fuente de vapor para la pulverización con magnetrón asimétrico (producida por Kobe Steel, Ltd., número de modelo: UBMS202) 18 (denominada en lo sucesivo fuente de vapor de pulverización 18), una fuente de evaporación de galvanizado de arco iónico de tipo descarga catódica 22 (denominada en lo sucesivo fuente de evaporación de arco 22), una fuente de alimentación de polarización 24, una fuente de alimentación de pulverización 26 y una fuente de alimentación de arco 28.

Se suministran Ar gaseoso, N₂ gaseoso, CH₄ gaseoso etc. desde el mecanismo de suministro de gas 12 en la cámara 10, dependiendo del proceso de formación de la capa de recubrimiento que se vaya a llevar a cabo. Se aprecia que el MFC 1 hasta el MFC 4 mostrados en la FIG. 2 son controladores del caudal de masa. En el interior de la cámara 10 se hace vacío y se ajusta a un grado necesario del nivel de vacío mediante la bomba de vacío no mostrada en el dibujo. Los sustratos 2, sobre los que se forman la primera capa de recubrimiento 4 y la segunda capa de recubrimiento 5, están montados en la fase 14. El sustrato 2 montado en la fase 14 se calienta mediante el calentador 16. Se fija un objetivo de la pulverización para la formación de la segunda capa de recubrimiento 5 a la fuente de vapor de pulverización 18. Por ejemplo, el objetivo de la pulverización compuesto por Si_xC_{1-x} está fijado a una de las fuentes de vapor de pulverización 18, y el objetivo de la pulverización formado por el elemento M está fijado a la otra de las fuentes de vapor de pulverización 18. Un objetivo compuesto por metal o una aleación para la formación de la primera capa de recubrimiento 4 está fijado a la fuente de evaporación de arco 22.

Se aplica un voltaje de polarización a la fase 14 mediante la fuente de alimentación de polarización 24. Más específicamente, el voltaje de polarización es aplicado sobre el sustrato 2 montado en la fase 14. El potencial de la fuente de vapor de pulverización 18 es controlado por la fuente de alimentación de pulverización 26 de forma que los átomos, los iones o los agregados son generados desde la fuente de vapor de pulverización 18. El potencial eléctrico de la fuente de evaporación de arco 22 controlado por la fuente de alimentación de arco 28 de forma que los átomos, los iones o los agregados son generados desde la fuente de evaporación de arco 22.

Se aprecia que el aparato de formación de la capa de recubrimiento compleja 100 incluye además una fuente de iones de tipo filamento 42, una fuente de alimentación de CA 44 para llevar a cabo un calentamiento de CA de la fuente de iones 42, y una fuente de alimentación de CC 46 para causar una descarga eléctrica desde la fuente de iones 42. La fuente de iones 42 no se usa en este ejemplo.

[Fabricación de las muestras 1 hasta 25]

Las muestras 1 hasta 25 tienen las estructuras mostradas en la FIG. 1B. La Tabla 1 muestra las composiciones de las muestras fabricadas. Los objetivos de la pulverización que tienen unas proporciones de composición diferentes de Si y C (denominados en conjunto en lo sucesivo "objetivos de SiC") se montaron en las fuentes de vapor de pulverización 18. Los objetivos compuestos por TiAl se montaron en las fuentes de vapor de arco 22. Como el sustrato 2 se usaron un miembro de base pulido en espejo (de tipo JIS P) hecho de un carburo cementado, y una fresa escariadora de 2 canales con punta de bola que tiene un diámetro de 10 mm y que está hecha del mismo carburo cementado que el sustrato pulido en espejo. Éstos se montaron sobre la fase 14. Se aprecia que, como el objetivo de SiC, se usa Si_{0,3}C_{0,7} en la muestra 1, se usa Si_{0,4}C_{0,6} en la muestra 2, se usa Si_{0,5}C_{0,5} en las muestras 3 y 6 hasta 25, se usa Si_{0,6}C_{0,4} en las muestras 4, y se usa Si_{0,7}C_{0,3} en la muestra 5, respectivamente.

Después de evacuar la presión del interior de la cámara 10 hasta 1 x 10⁻³ Pa o por debajo, el sustrato 2 se calentó a 550 °C mediante el calentador 16. Después de eso, se llevó a cabo una limpieza por pulverización usando iones de Ar (para la limpieza de la superficie del sustrato 2). Después se suministró N₂ gaseoso en la cámara 10 de forma que la presión interna se hiciera de 4 Pa. Mientras se mantenía esta presión interna, se suministró una corriente eléctrica de 150 A desde la fuente de alimentación de arco 28 hacia la fuente de evaporación de arco 22 para generar la descarga de arco. De esta forma, se formó una capa de recubrimiento de TiAlN como la primera capa de recubrimiento en la superficie del sustrato 2.

Para las muestras 1 hasta 21, después de vaciar el N₂ gaseoso del interior de la cámara 10, se introdujo Ar gaseoso en la cámara 10 de forma que la presión en el interior de la cámara 10 se hiciera de 0,6 Pa. Para las muestras 22

5 hasta 25, después de que se vaciara el N₂ gaseoso del interior de la cámara 10, se suministraron Ar gaseoso y N₂ gaseoso en la cámara 10 de forma que la presión en el interior de la cámara 10 se hiciera de 0,6 Pa. Se llevó a cabo la pulverización con magnetrón con un voltaje de polarización (es decir, un voltaje de polarización aplicado al sustrato 2) y a una temperatura (es decir, la temperatura del sustrato 2) según se muestra en la columna de las condiciones de PVD de la tabla 1. De este modo, se formó la segunda capa de recubrimiento 5 (para su composición, véase la Tabla 1) que tiene un espesor de aproximadamente 3 µm en la primera capa de recubrimiento 4. Se aprecia que la composición de la segunda capa de recubrimiento 5 mostrada en la Tabla 1 está representada por los valores del análisis de la composición obtenidos mediante EDX, que se describirá a continuación.

10

[Tabla 1]

Nº de muestra	1ª capa de recubrimiento	2ª capa de recubrimiento (*)			condiciones de la PVD		propiedad mecánica			estructura cristalina	FWHM (°) en el pico de las proximidades del θ : 35 °	cantidad de desgaste (μm)	resultado
		Si (x)	C (1-x-y)	N (y)	polarización (-V)	temperatura (°C)	dureza (GPa)	módulo de Young (GPa)	E/H				
1	TiAlN	0,32	0,68	0	75	550	27	300	11,1	amorfa	4	120	ejemplo comparativo
2	TiAlN	0,41	0,59	0	75	550	38	450	11,8	cristalina	0,8	80	realización
3	TiAlN	0,5	0,5	0	75	550	44	510	11,6	cristalina	0,66	50	realización
4	TiAlN	0,58	0,42	0	75	550	37	440	11,9	cristalina	0,64	70	realización
5	TiAlN	0,7	0,3	0	75	550	24	280	11,7	amorfa	3,5	130	ejemplo comparativo
6	TiAlN	0,5	0,5	0	0	600	27	320	11,9	amorfa	no observado	120	ejemplo comparativo
7	TiAlN	0,5	0,5	0	30	600	36	410	11,4	cristalina	0,87	65	realización
8	TiAlN	0,5	0,5	0	75	600	43	495	11,5	cristalina	0,65	42	realización
9	TiAlN	0,5	0,5	0	150	600	44	520	11,8	cristalina	0,8	40	realización
10	TiAlN	0,5	0,5	0	200	600	40	480	12,0	cristalina	1,5	60	realización
11	TiAlN	0,5	0,5	0	300	600	38	460	12,1	cristalina	1,8	70	realización
12	TiAlN	0,5	0,5	0	400	600	28	330	11,8	amorfa	no observado	140	ejemplo comparativo
13	TiAlN	0,5	0,5	0	75	200	26	300	11,5	amorfa	5,5	110	ejemplo comparativo
14	TiAlN	0,5	0,5	0	75	300	27	310	11,5	amorfa	4,5	100	ejemplo comparativo
15	TiAlN	0,5	0,5	0	75	400	40	455	11,4	amorfa	2,5	85	realización
16	TiAlN	0,5	0,5	0	75	400	40	455	11,4	cristalina	0,86	65	realización
17	TiAlN	0,5	0,5	0	75	500	44	540	12,3	cristalina	0,6	40	realización
18	TiAlN	0,5	0,5	0	75	600	44	530	12,0	cristalina	0,5	45	realización
19	TiAlN	0,5	0,5	0	75	700	38	440	11,6	cristalina	0,45	55	realización
20	TiAlN	0,5	0,5	0	75	800	38	432	11,4	cristalina	0,4	60	realización
21	TiAlN	0,5	0,5	0	75	900	38	432	11,4	cristalina	0,4	No evaluada debido al deterioro térmico	ejemplo comparativo
22	TiAlN	0,5	0,48	0,02	75	500	43	450	10,5	cristalina	0,78	40	realización

(continuación)

Nº de muestra	1ª capa de recubrimiento	2ª capa de recubrimiento (*)			condiciones de la PVD		propiedad mecánica			estructura cristalina	FWHM (°) en el pico de las proximidades del θ : 35 °	cantidad de desgaste (μm)	resultado
		0,5	0,45	0,05	75	500	41	420	10,2				
23	TiAlN	0,5	0,45	0,05	75	500	41	420	10,2	cristalina	0,85	37	realización
24	TiAlN	0,5	0,4	0,1	75	500	40	400	10,0	cristalina	1,1	37	realización
25	TiAlN	0,5	0,35	0,15	75	500	25	284	11,4	amorfa	no observado	130	ejemplo comparativo

(*) Composición de la 2ª capa de recubrimiento: $\text{Si}_x\text{C}_{1-x}\text{Y}_y\text{Z}_n\text{N}_y$

[Fabricación de las muestras 26 hasta 47]

Las muestras 26 hasta 47 tienen las estructuras mostradas en la FIG. 1B, la Tabla 2 muestra las composiciones de las muestras fabricadas. Se montó un objetivo de SiC ($\text{Si}_{0,5}\text{C}_{0,5}$) en una de las fuentes de vapor de pulverización 18.

5 Se montó un objetivo que incluía el elemento M para la formación de la segunda capa de recubrimiento 5 (véase la tabla 2) en la otra de las fuentes de vapor de pulverización 18, cada vez según una composición necesaria de la segunda capa de recubrimiento 5. Además, se montó un objetivo de TiAl en la fuente de evaporación de arco 22. Como el sustrato 2 se usaron un sustrato pulido en espejo (de tipo JIS P) hecho de un carburo cementado, y una fresa escariadora de 2 canales con punta de bola que tiene un diámetro de 10 mm y que está hecha del mismo carburo cementado que el sustrato pulido en espejo. Éstos se montaron sobre la fase 14.

15 Después de reducir la presión del interior de la cámara 10 hasta 1×10^{-3} Pa o por debajo, el sustrato 2 se calentó a 550°C mediante el calentador 16. Después de eso, se llevó a cabo una limpieza por pulverización usando iones de Ar. Después se suministró N_2 gaseoso en la cámara 10 de forma que la presión interna se hiciera de 4 Pa. En este estado, se suministró una corriente eléctrica de 150 A desde la fuente de alimentación de arco 28 hacia la fuente de evaporación de arco 22 para generar la descarga de arco. De esta forma, se formó una capa de recubrimiento TiAlN como la primera capa de recubrimiento en la superficie del sustrato 2.

20 Para las muestras 26 hasta 43, después de vaciar el N_2 gaseoso del interior de la cámara 10, se introdujo Ar gaseoso en la cámara 10 de forma que la presión en el interior de la cámara 10 se hiciera de 0,6 Pa. Para las muestras 44 hasta 47, después de que se agotara el N_2 gaseoso en el interior de la cámara 10, se suministraron Ar gaseoso y N_2 gaseoso en la cámara 10 de forma que la presión en el interior de la cámara 10 se hiciera de 0,6 Pa. Se llevó a cabo la pulverización con magnetrón con un voltaje de polarización y a una temperatura según se muestra en la columna de las condiciones de PVD de la tabla 2. De este modo, se formó la segunda capa de recubrimiento 5 (para su composición, véase la Tabla 2) que tiene un espesor de aproximadamente $3 \mu\text{m}$ en la primera capa de recubrimiento 4. Se aprecia que la composición de la segunda capa de recubrimiento 5 mostrada en la Tabla 2 está representada por los valores del análisis de la composición obtenidos mediante EDX, que se describirá a continuación.

[Tabla 2]

Nº de muestra	1ª capa de recubrimiento		2ª capa de recubrimiento (*)					condiciones de la PVD			propiedad mecánica				estructura cristalina	cantidad de desgaste (µm)	resultado
	Si (x)	C (1-x-y-z)	N (y)	Componente añadido (z)	elemento M	polarización (-V)	temperatura (°C)	dureza (GPa)	módulo de Young (GPa)	E/H	estructura cristalina	cantidad de desgaste (µm)	resultado				
26	TiAlN	0,5	0,49	0	0,01	B	75	600	43	495	11,5	42	realización				
27	TiAlN	0,48	0,47	0	0,05	B	75	600	50	530	10,6	35	realización				
28	TiAlN	0,45	0,45	0	0,1	B	75	600	45	490	10,9	40	realización				
29	TiAlN	0,4	0,4	0	0,2	B	75	600	42	460	11,0	50	realización				
30	TiAlN	0,4	0,3	0	0,3	B	75	600	31	350	11,3	110	ejemplo comparativo				
31	TiAlN	0,49	0,48	0	0,03	Sc	75	600	43	475	11,0	43	realización				
32	TiAlN	0,49	0,48	0	0,03	Y	75	600	45	485	10,8	40	realización				
33	TiAlN	0,49	0,48	0	0,03	Ti	75	600	47	490	10,4	36	realización				
34	TiAlN	0,49	0,48	0	0,03	Zr	75	600	43	450	10,5	41	realización				
35	TiAlN	0,49	0,48	0	0,03	Hf	75	600	44	470	10,7	43	realización				
36	TiAlN	0,49	0,48	0	0,03	V	75	600	46	485	10,5	38	realización				
37	TiAlN	0,49	0,48	0	0,03	Nb	75	600	43	455	10,6	42	realización				
38	TiAlN	0,49	0,48	0	0,03	Ta	75	600	45	480	10,7	40	realización				
39	TiAlN	0,49	0,48	0	0,03	Cr	75	600	48	500	10,4	36	realización				
40	TiAlN	0,49	0,48	0	0,03	Mo	75	600	46	495	10,8	39	realización				
41	TiAlN	0,49	0,48	0	0,03	W	75	600	44	475	10,8	42	realización				
42	TiAlN	0,49	0,48	0	0,03	Ru	75	600	43	480	11,2	43	realización				
43	TiAlN	0,49	0,48	0	0,03	Al	75	600	45	490	10,9	40	realización				
44	TiAlN	0,45	0,47	0,05	0,03	B	75	600	50	500	10,0	33	realización				
45	TiAlN	0,45	0,47	0,05	0,03	Ti	75	600	47	450	9,6	35	realización				
46	TiAlN	0,45	0,47	0,05	0,03	Cr	75	600	48	475	9,9	37	realización				
47	TiAlN	0,45	0,47	0,05	0,03	Nb	75	600	43	420	9,8	39	realización				

(*) Composición de la 2ª capa de recubrimiento: $\text{Si}_x\text{C}_{1-x-y-z}\text{N}_y\text{M}_z$

[Fabricación de las muestras 48 hasta 61]

Las muestras 48 hasta 61 tienen las estructuras mostradas en la FIG. 1B. La Tabla 3 muestra las composiciones de las muestras fabricadas. Se montó un objetivo de SiC en la fuente de vapor de pulverización 18. Se montó un objetivo compuesto por un metal o una aleación mostrado en la columna de la "1ª capa de recubrimiento" - "composición" de la tabla 3 en la fuente de evaporación de arco 22, según fuera necesario. Como el sustrato 2 se usaron un sustrato pulido en espejo (de tipo JIS P) hecho de un carburo cementado, y una fresa escariadora de 2 canales con punta de bola que tiene un diámetro de 10 mm y que está hecha del mismo carburo cementado que el sustrato pulido en espejo. Éstos se montaron sobre la fase 14.

Después de reducir la presión del interior de la cámara 10 hasta 1×10^{-3} Pa o por debajo, el sustrato 2 se calentó a 550 °C mediante el calentador 16. Después de eso, se llevó a cabo una limpieza por pulverización usando iones de Ar. Después se suministró N₂ gaseoso en la cámara 10 de forma que la presión interna se hiciera de 4 Pa. Mientras se mantenía esta presión interna, se suministró una corriente eléctrica de 150 A desde la fuente de alimentación de arco 28 hacia la fuente de evaporación de arco 22 para generar la descarga de arco. De esta forma, se formó la primera capa de recubrimiento 4 que estaba compuesta por un nitruro, un carbonitruro o un carburo indicados en la Tabla.3 en la superficie del sustrato 2. Después de vaciar el N₂ gaseoso del interior de la cámara 10, se introdujo Ar gaseoso en la cámara 10 de forma que la presión interna se hiciera de 0,6 Pa. La pulverización con magnetrón se llevó a cabo con un voltaje de polarización de -80 V y estando la temperatura del sustrato 2 a 550 °C, formándose así una capa de recubrimiento de SiC que tiene un espesor de aproximadamente 3 µm como la segunda capa de recubrimiento 5 en la primera capa de recubrimiento 4. Se aprecia que la composición de la segunda capa de recubrimiento 5 mostrada en la Tabla 3 está representada por los valores del análisis de la composición obtenidos mediante EDX, que se describirá a continuación, y que era la misma que la composición del objetivo de SiC.

[Tabla 3]

Nº de muestra	1ª capa de recubrimiento		2ª capa de recubrimiento	carga crítica (N)	cantidad de desgaste (µm)	resultado
	composición	espesor (µm)				
48	TiN	1	Si _{0,5} C _{0,5} (=SiC)	55	85	realización
49	TiC	1	Si _{0,5} C _{0,5}	50	80	realización
50	CrN	1	Si _{0,5} C _{0,5}	70	45	realización
51	(Ti _{0,5} Al _{0,5})N	1	Si _{0,5} C _{0,5}	85	40	realización
52	(Ti _{0,5} Al _{0,5})N	0,005	Si _{0,5} C _{0,5}	50	70	realización
53	(Ti _{0,5} Al _{0,5})N	0,01	Si _{0,5} C _{0,5}	70	60	realización
54	(Ti _{0,5} Al _{0,5})N	0,1	Si _{0,5} C _{0,5}	80	50	realización
55	(Ti _{0,5} Al _{0,5})N	2	Si _{0,5} C _{0,5}	85	42	realización
56	(Ti _{0,5} Al _{0,5})N	5	Si _{0,5} C _{0,5}	80	45	realización
57	(Ti _{0,5} Al _{0,5})N	7	Si _{0,5} C _{0,5}	70	65	realización
58	(Ti _{0,2} Cr _{0,1} Al _{0,7})N	1	Si _{0,5} C _{0,5}	90	40	realización
59	(Cr _{0,4} Al _{0,6})N	1	Si _{0,5} C _{0,5}	80	41	realización
60	(Ti _{0,2} Cr _{0,2} Al _{0,57} Si _{0,03})N	1	Si _{0,5} C _{0,5}	85	45	realización
61	(Ti _{0,2} Cr _{0,2} Al _{0,55} Si _{0,03} Y _{0,02})N	1	Si _{0,5} C _{0,5}	80	43	realización

[Fabricación de las muestras 62 hasta 75]

Las muestras 62 hasta 75 tienen las estructuras mostradas en la FIG. 1C la Tabla 4 muestra las composiciones de las muestras fabricadas. Se montó un objetivo de SiC en la fuente de vapor de pulverización 18. Se montó un objetivo hecho de un metal diverso o de una aleación diversa mostrada en la columna de la "1ª capa de recubrimiento" - "capa inferior" y en la columna de la "1ª capa de recubrimiento" - "capa intermedia" - "composición" en la Tabla 4, en la fuente de evaporación de arco 22, según fuera necesario. Como el sustrato 2, se usaron un sustrato pulido en espejo (de tipo JIS P) hecho de un carburo cementado, y una fresa escariadora de 2 canales con punta de bola que tiene un diámetro de 10 mm y que está hecha del mismo carburo cementado que el sustrato pulido en espejo. Éstos se montaron sobre la fase 14.

Después de reducir la presión del interior de la cámara 10 hasta 1×10^{-3} Pa o por debajo, el sustrato 2 se calentó a 550°C mediante el calentador 16. Después de eso, se llevó a cabo una limpieza por pulverización usando iones de Ar. En este estado, se suministró una corriente eléctrica de 150 A desde la fuente de alimentación de arco 28 hacia la fuente de evaporación de arco 22 para generar la descarga de arco. De esta forma, se formó una capa de recubrimiento de TiAlN como la capa inferior en la superficie del sustrato 2. Después de vaciar el N₂ gaseoso del

interior de la cámara 10, se introdujo Ar gaseoso en la cámara 10 de forma que la presión interna se hiciera de 0,6 Pa. La pulverización con magnetrón se llevó a cabo con un voltaje de polarización de -80 V y estando la temperatura del sustrato 2 a 550 °C, formándose así una capa de recubrimiento de SiC que tiene el espesor mostrado en la columna de la "segunda capa de recubrimiento" en la Tabla 4 como la segunda capa de recubrimiento 5 en la capa de recubrimiento de TiAlN formada previamente.

Posteriormente, esta capa de recubrimiento de SiC fue recubierta con un nitruro, un carbonitruro o un carburo mostrado en la columna de la "1ª capa de recubrimiento" - "capa intermedia" en la Tabla 4. La capa intermedia se formó en unas condiciones que son las mismas que las usadas para la formación de la capa de recubrimiento TiAlN como la capa inferior de la primera capa de recubrimiento 4. Después de eso, se formaron las capas de recubrimiento de SiC como las segundas capas de recubrimiento 5 y las capas intermedias hasta que el espesor de las capas de recubrimiento alcanzó los 3 µm. De este modo, se formó la capa de recubrimiento dura de capa múltiple 7. Se aprecia que la composición de la segunda capa de recubrimiento 5 mostrada en la Tabla 4 está representada por los valores del análisis de la composición obtenidos mediante EDX, que se explicará a continuación, y que era la misma que la composición del objetivo de SiC.

[Tabla 4]

Nº de muestra	1ª capa de recubrimiento			2ª capa de recubrimiento		espesor total (µm)	dureza (GPa)	módulo de Young (GPa)	carga crítica (N)	cantidad de desgaste (µm)	resultado
	capa inferior	capa intermedia		composición	espesor (nm)						
		composición	espesor (nm)								
62	TiAlN	TiN	20	Si _{0.5} Co _{0.5} (=SiC)	20	3	46	480	50	80	realización
63	TiAlN	TiC	20	Si _{0.5} Co _{0.5}	20	3	45	480	50	85	realización
64	TiAlN	CrN	20	Si _{0.5} Co _{0.5}	20	3	45	470	60	55	realización
65	TiAlN	(Ti _{0.5} Al _{0.5})N	20	Si _{0.5} Co _{0.5}	20	3	46	490	80	40	realización
66	TiAlN	(Ti _{0.2} Cr _{0.1} Al _{0.7})N	20	Si _{0.5} Co _{0.5}	20	3	48	510	90	37	realización
67	TiAlN	(Cr _{0.4} Al _{0.6})N	20	Si _{0.5} Co _{0.5}	20	3	47	500	90	45	realización
68	TiAlN	(Ti _{0.2} Cr _{0.2} Al _{0.57} Si _{0.03})N	20	Si _{0.5} Co _{0.5}	20	3	50	520	90	35	realización
69	TiAlN	(Ti _{0.5} Al _{0.5})N	5	Si _{0.5} Co _{0.5}	5	3	46	480	60	65	realización
70	TiAlN	(Ti _{0.5} Al _{0.5})N	10	Si _{0.5} Co _{0.5}	10	3	50	530	80	40	realización
71	TiAlN	(Ti _{0.5} Al _{0.5})N	30	Si _{0.5} Co _{0.5}	30	3	48	510	80	40	realización
72	TiAlN	(Ti _{0.5} Al _{0.5})N	100	Si _{0.5} Co _{0.5}	100	3	46	490	80	55	realización
73	TiAlN	(Ti _{0.5} Al _{0.5})N	200	Si _{0.5} Co _{0.5}	200	3	45	480	70	60	realización
74	TiAlN	(Ti _{0.5} Al _{0.5})N	500	Si _{0.5} Co _{0.5}	500	3	44	470	70	70	realización
75	TiAlN	(Ti _{0.2} Cr _{0.2} Al _{0.55} Si _{0.03} Y _{0.02})N	20	Si _{0.5} Co _{0.5}	20	3	48	500	80	35	realización

«Evaluación de las muestras»

[Evaluación de la dureza de la capa de recubrimiento dura formada y del módulo de Young]

5 La dureza y el módulo de Young de la capa de recubrimiento dura 6 en las muestras 1 hasta 47 y de la capa de recubrimiento dura 7 formada en las muestras 62 hasta 75, se obtuvieron mediante un método de nanoindentación. El método de medición y el método de cálculo que se usaron en la presente invención están conformes con la norma internacional (ISO14577-1 hasta ISO14577-44) relativa a la nanoindentación. Se usó un indentador Berkovich hecho de diamante en la medición de la nanoindentación, y se ajustó una carga de indentación máxima de forma que la profundidad de la indentación fuera igual o menos profunda que 1/10 del espesor de las capas de recubrimiento duras 6 y 7 que se van a medir. La dureza obtenida aquí era una HIT (dureza de indentación) definida por la Organización Internacional de Normalización (ISO). Las Tablas 1, 2 y 4 muestran los resultados de la medición. Se aprecia que no se midieron la dureza de la capa de recubrimiento dura ni el módulo de Young de las muestras 48 hasta 61.

15 [Análisis de la composición de la segunda capa de recubrimiento formada]

La composición de la segunda capa de recubrimiento 5 formada en el sustrato 2 se midió para cada muestra por medio de un analizador de rayos X de energía dispersiva (EDX). Las Tablas 1 hasta 4 muestran los resultados de la medición.

20 [Análisis de la cristalinidad de la segunda capa de recubrimiento formada]

La cristalinidad de la segunda capa de recubrimiento 5 formada en el sustrato 2 se analizó para cada muestra mediante una difracción de rayos X (rayo de Cuka, 40 kV -40 mA, θ -2 θ , 1 ° de hendidura de divergencia, 10 mm de límite vertical de la hendidura de divergencia, 1 ° de hendidura de dispersión, 0,15 mm de hendidura de recepción, 0,8 mm de hendidura de monocromatorrecepción). La FIG. 3 muestra un patrón típico de difracción de rayos X de la capa de recubrimiento cristalina de SiC (cúbico). Se determinó que la segunda capa de película 5 era cristalina si un ancho completo de la mitad del máximo de un pico de SiC (indicado como SiC en la FIG. 3) es igual o menor de 3 ° medido a un ángulo de difracción (2 θ) de aproximadamente 35 ° (por ejemplo, de entre 34 ° y 36 °) en el patrón de difracción de rayos X. Se aprecia que, si el pico del SiC cristalino (cúbico) se mide aproximadamente a 35 °, y si el FWHM es igual o mayor de 2 ° y no mayor de 3 °, se define que la segunda capa de recubrimiento 5 forma una composición compleja que incluye el SiC cristalino (cúbico) y el SiC amorfo. En la presente invención, dicha segunda capa de recubrimiento 5 es cristalina. Por otro lado, si el FWHM excede los 3 °, se determina que dicha segunda capa de recubrimiento 5 es amorfa. Se aprecia que el diagrama de XRD mostrado en la FIG. 3 también muestra el pico de WC-Co, es decir, el sustrato 2, y el pico de la capa de recubrimiento de TiAlN formada como la primera capa de recubrimiento 4.

40 [Evaluación de la adhesividad de la capa de recubrimiento dura]

Se evaluó la adhesividad de las capas de recubrimiento duras 6 y 7 formadas en el sustrato 2 para cada una de las muestras 48 hasta 75 mediante una prueba de escarificación. La prueba de escarificación se llevó a cabo moviendo un indentador de diamante de 200 μ mR en la capa de recubrimiento a una velocidad de movimiento de 10 mm/min y a una tasa de incremento de la carga de 100 N/min. Para el valor de la carga crítica, se adoptó una carga crítica de la fuerza de fricción. Las Tablas 3 y 4 muestran los resultados de la evaluación.

[Evaluación de la resistencia al desgaste - primera prueba de corte]

50 Se prepararon fresas escariadoras con punta de bola que tienen las capas de recubrimiento de las muestras n° 1 hasta 75 y se llevó a cabo una prueba de corte en las condiciones descritas a continuación. Se midió la longitud del área de desgaste de la capa de recubrimiento dura 6 o 7 desde la punta de la fresa escariadora de bola después de la prueba, y la resistencia al desgaste fue determinada como insuficiente si la longitud era igual o mayor de 100 μ m. Los resultados de la prueba después de la prueba se muestran en las Tablas 1 hasta 4.

55 Pieza de trabajo: SKD61 (HRC50)
Velocidad de corte: 220 m/min.
Alimentación: 0,06 mm/diente
Profundidad de corte axial: 5 mm
Profundidad de corte radial: 0,6 mm
60 Longitud del corte: 100 m
Entorno de corte: corte hacia abajo en una atmósfera seca (únicamente aire soplado)

«Resultado de la prueba»

65 [Muestras 1 hasta 25]

En la muestra 1, la segunda capa de recubrimiento 5 se volvió amorfa debido a que la cantidad de Si (x) de la muestra 1 era menor de 0,4. En la muestra 5, la segunda capa de recubrimiento 5 se volvió amorfa debido a que la cantidad de Si(x) excedía 0,6. En la muestra 6, la segunda capa de recubrimiento 5 se volvió amorfa debido a que el voltaje de polarización aplicado usado cuando se formaba la segunda capa de recubrimiento 5 era de 0 V. En la muestra 12, la segunda capa de recubrimiento 5 se volvió amorfa debido a que el voltaje de polarización aplicado era de -400 V cuando se formaba la segunda capa de recubrimiento 5. En la muestra 13, la segunda capa de recubrimiento 5 se volvió amorfa debido a que la temperatura del sustrato 2 era de 200 °C, que era demasiado baja para la cristalización de la segunda capa de recubrimiento 5. En la muestra 14, la segunda capa de recubrimiento 5 se volvió amorfa debido a que el sustrato 2 estaba a 300 °C, lo que era demasiado bajo para la cristalización de la segunda capa de recubrimiento 5. En la muestra 25, la segunda capa de recubrimiento 5 se volvió amorfa debido a que la proporción atómica y del N excedía 0,1. En estas muestras, la cantidad de desgaste era igual o mayor de 100 µm debido a que la dureza de la segunda capa de recubrimiento 5 no era mayor de 30 GPa según se muestra en la Tabla 1. En la muestra 21, el sustrato 2 tenía un deterioro térmico debido a que el sustrato 2 se calentó a 800 °C cuando se formaba la segunda capa de recubrimiento 5. A partir de los resultados anteriores, se determinó que estas muestras eran ejemplos comparativos, que no pertenecen a la presente invención. Se determinó que las otras muestras mostradas en la Tabla 1 pertenecen a las realizaciones de la presente.

[Muestras 26 hasta 47]

En la muestra 30, la cantidad de desgaste era igual o mayor de 100 µm debido a que la proporción atómica z del elemento M incluido en la segunda capa de recubrimiento 5 excedía 0,2, y debido a que la dureza de la segunda capa de recubrimiento 5 se redujo hasta 31 GPa. En la realización mostrada en la FIG. 1, la dureza de la segunda capa de recubrimiento 5 es de entre 36 y 44 GPa, y la dureza de la segunda capa de recubrimiento 5 en las muestras 26 hasta 29 y 31 hasta 47 es de entre 43 y 50 GPa. Esto confirma que la dureza de la segunda capa de recubrimiento 5 tiende a aumentar si se añade el elemento M. También, la cantidad de desgaste se mantuvo igual o menor de 43 µm. A partir de estos resultados, se determinó que la muestra 30 era un ejemplo comparativo, y se determinó que las otras muestras pertenecen a las realizaciones de la presente invención según se muestra en la Tabla 1.

[Muestras 48 hasta 61]

Según se muestra en la Tabla 3, se determinó que las muestras 48 hasta 61 pertenecen a las realizaciones. Cuando se comparan las muestras 51 hasta 57, una carga crítica era mayor y la cantidad de desgaste era menor si el espesor de la primera capa de recubrimiento 4 era de entre 2 µm y 5 µm. Resultó que cuanto más delgada de 2 µm era la primera capa de recubrimiento, menos se reducía la adhesividad. Esto es debido a que es un caso en el que el sustrato 2 no está lo suficientemente recubierto con la primera capa de recubrimiento 4 si el espesor de la primera capa de recubrimiento 4 no era lo suficientemente grueso debido a la rugosidad de la superficie o a defectos del sustrato 2. También resultó que la adhesividad se reduce cuando el espesor de la primera capa de recubrimiento 4 excedía los 5 µm. Esto es debido a que hay un caso en el que se produce una deformación o un fallo en la primera capa de recubrimiento 4 que está subyacente, lo que da como resultado el desprendimiento de la segunda capa de recubrimiento 5 si el espesor de una capa que tiene una dureza menor se hace más grueso con respecto al espesor de la segunda capa de recubrimiento 5 que tiene una dureza mayor. Es posible confirmar, a partir de la Tabla 3, que la resistencia al desgaste es buena cuando A1 está contenido en la primera capa de recubrimiento 4 como su componente.

[Muestras 62 hasta 75]

Según se muestra en la Tabla 4, se determinó que las muestras 62 hasta 75 pertenecen a las realizaciones de la presente invención. La dureza de la segunda capa de recubrimiento 5 en las realizaciones mostradas en la Tabla 1 es de entre 36 y 44 GPa, y la dureza de la capa de recubrimiento dura 7 que tiene la estructura de capa múltiple de las muestras 62 hasta 75 es de entre 45 y 50 GPa; por lo tanto, se confirmó que la dureza aumenta mediante la formación de la estructura de capa múltiple de la primera capa de recubrimiento 4 y de la segunda capa de recubrimiento 5 en la estructura de capa múltiple.

«Segunda prueba de corte»

Se usó un injerto (tipo: CNMG 120408 TF, ADCT 1505 PDFR) hecho de un carburo cementado (cuyo material se describirá a continuación) como el sustrato 2 y se puso en el interior de la cámara 10. Después de reducir la presión del interior de la cámara para que fuera igual o menor de entre 10 y 1×10^{-3} Pa, el sustrato 2 se calentó mediante el calentador a entre 16 °C y 550 °C. Después de eso, se llevó a cabo una limpieza por pulverización mediante el uso de iones de Ar. En este estado se suministró una corriente eléctrica de 150 A desde la fuente de alimentación de arco 28 hacia la fuente de evaporación de arco 22 para generar la descarga de arco. De este modo se formó una capa de recubrimiento de TiAlN como la capa inferior que tiene un espesor de aproximadamente 1 µm en la superficie del sustrato 2. Después de vaciar el N₂ gaseoso del interior de la cámara 10, se introdujo Ar gaseoso en la cámara 10 de forma que la presión interna se hiciera de 0,6 Pa. Se llevó a cabo la pulverización con magnetron con un voltaje de polarización de -80 V y manteniéndose la temperatura del sustrato 2 a 600 °C, formándose así una de

capa de recubrimiento de SiC ($Si_{0,5}C_{0,5}$) como la segunda capa de recubrimiento 5 que tiene un espesor de aproximadamente 3 μm en la capa de recubrimiento de TiAlN. En lo sucesivo, el injerto así fabricado se denomina "un injerto de las realizaciones". Con fines comparativos se fabricó un injerto en el que se formó una capa de recubrimiento de TiAlN que tiene un espesor de 4 μm en el sustrato 2 (denominado un "injerto del ejemplo comparativo"). Se llevaron a cabo las siguientes pruebas de corte 1 a 3 mediante el uso de esos injertos. La vida de herramienta del injerto se evaluó durante el tiempo en el cual pudo usarse en injerto para cortar.

[Prueba de corte 1: giro de Inconel (marca comercial registrada)]

- 10 Pieza de trabajo: Inconel 718 (35HRC)
 Modelo de herramienta: CNMG 12408 TF
 Marcial del sustrato: WC + 6 % de Co
 Condiciones de giro: corte en húmedo (con refrigerante)
 Velocidad de corte: 25 m/min.
 15 Alimentación: 0,08 mm/rev.
 Profundidad de corte: 1 mm

En la prueba de corte 1, la vida de herramienta del injerto del ejemplo comparativo era de 9 minutos. Por el contrario, la vida de herramienta del injerto de la realización era de 13 minutos, lo que era aproximadamente 1,44 veces más larga que la vida de herramienta del injerto del ejemplo comparativo.

[Prueba de corte 2: giro de acero inoxidable endurecido]

- 25 Pieza de trabajo: D2 (62HRC)
 Modelo de herramienta: CNMG 120408 TF
 Marcial del sustrato: WC + 6 % de Co
 Condiciones de corte: corte en húmedo (con refrigerante)
 Velocidad de corte: 40 m/min.
 Alimentación: 0,15 mm/rev.
 30 Profundidad de corte: 0,3 mm

En la prueba de corte 2, la vida de herramienta del injerto del ejemplo comparativo era de 8 minutos. Por el contrario, la vida de herramienta del injerto de la realización era de 14 minutos, lo que era aproximadamente 1,75 veces más larga que la vida de herramienta del injerto del ejemplo comparativo.

[Prueba de corte 3: corte de acero inoxidable mediante fresado frontal]

- 40 Pieza de trabajo: AISI316
 Modelo de herramienta: ADCT 1505 PDFR
 Material del sustrato: WC + 12 % de Co
 Condiciones de corte: corte en seco
 Velocidad de corte: 120 m/min.
 Alimentación: 0,12 mm/rev.
 45 Profundidad de corte: 4 mm

En la prueba de corte 3, la vida de herramienta del injerto del ejemplo comparativo era de 34 minutos. Por el contrario, la vida de herramienta del injerto de la realización era de 53 minutos. Esto es, la vida de herramienta del injerto de la realización era aproximadamente 1,56 veces más larga que la vida de herramienta del injerto del ejemplo comparativo.

50

REIVINDICACIONES

1. Una capa de recubrimiento dura (3, 6, 7) que no tiene grietas y que recubre un sustrato predeterminado (2) que se usa para una herramienta de corte o una herramienta de una coquilla de moldeo y un instrumento de perforación, comprendiendo la capa de recubrimiento dura (3, 6, 7) Si y C como componentes esenciales, y un elemento M y N como componentes opcionales, incluyendo el elemento M al menos uno de elementos seleccionados entre los elementos del grupo 3A, los elementos del grupo 4A, los elementos del grupo 5A, los elementos del grupo 6A, B, Al y Ru, teniendo la capa de recubrimiento dura (3, 6, 7) una composición de $\text{Si}_x\text{C}_{1-x-y-z}\text{N}_y\text{M}_z$, donde $0,4 \leq x \leq 0,6$, $0 \leq y \leq 0,1$, y $0 \leq z \leq 0,2$, en la que un ancho completo de la mitad del máximo de un pico de SiC observado a un ángulo de difracción de entre 34° y 36° es igual o menor de $0,8^\circ$ cuando la difracción de rayos X (XRD) se mide con un rayo de CuKa.
2. La capa de recubrimiento dura (3, 6, 7) según la reivindicación 1, en la que una estructura cristalina de la $\text{Si}_x\text{C}_{1-x-y-z}\text{N}_y\text{M}_z$ pertenece al sistema cristalino cúbico.
3. Una capa de recubrimiento dura (6, 7) que tiene una estructura que comprende al menos una capa de una primera capa de recubrimiento (4) para el recubrimiento de un sustrato predeterminado (2) que se usa para una herramienta de corte o una herramienta de una coquilla de moldeo y un instrumento de perforación, estando formada en una superficie del sustrato predeterminado (2), y al menos una capa de una segunda capa de recubrimiento (5) estratificada alternativamente con al menos una de la primera capa de recubrimiento (4), en la que la primera capa de recubrimiento (4) está compuesta por un nitruro, un carbonitruro o un carburo que contiene al menos un elemento seleccionado entre los elementos del grupo 4A, los elementos del grupo 5A y los elementos del grupo 6A como un componente esencial, y al menos un elemento seleccionado entre los elementos del grupo 3A, Si, Al y B como un componente opcional, y la segunda capa de recubrimiento (5) es una capa de recubrimiento dura (3) según se define en la reivindicación 1 o 2.
4. Un método de formación de una capa de recubrimiento dura (3, 6, 7) que no tiene grietas en una superficie de un sustrato predeterminado (2) que se usa para una herramienta de corte o una herramienta de una coquilla de moldeo y un instrumento de perforación, teniendo la capa de recubrimiento dura (3, 6, 7) una composición de $\text{Si}_x\text{C}_{1-x-y-z}\text{N}_y\text{M}_z$, donde $0,4 \leq x \leq 0,6$, $0 \leq y \leq 0,1$, y $0 \leq z \leq 0,2$, donde M es al menos un elemento seleccionado entre los elementos del grupo 3A, los elementos del grupo 4A, los elementos del grupo 5A, los elementos del grupo 6A, B, Al y Ru; y un ancho completo de la mitad del máximo de un pico de SiC observado a un ángulo de difracción de entre 34° y 36° es igual o menor de $0,8^\circ$ cuando la difracción de rayos X se lleva a cabo mediante el uso de un rayo de CuKa, comprendiendo el método las etapas de:
- mantener el sustrato (2) a una temperatura predeterminada de entre 500°C y 800°C donde $0 \leq y \leq 0,02$, o de entre 600°C y 800°C donde $0,02 \leq y \leq 0,1$, junto con la aplicación simultánea de un voltaje de polarización predeterminado de entre -75 V y -150 V al sustrato (2) de forma que se mantenga el voltaje de polarización predeterminado; y formar la capa de recubrimiento dura (3, 6, 7) en la superficie del sustrato (2) mediante un método de PVD.
5. El método de formación de la capa de recubrimiento dura (3, 6, 7) según la reivindicación 4, en el que el método de PVD es un método de pulverización con magnetrón.
6. El método de formación de la capa de recubrimiento dura (3, 6, 7) según la reivindicación 4 o 5, en el que antes de la formación de la capa de recubrimiento dura (3, 6, 7), se forma una capa de recubrimiento dura adicional que está hecha de un nitruro, de un carbonitruro o de un carburo, conteniendo la capa de recubrimiento dura adicional al menos un elemento seleccionado entre los elementos del grupo 4A, los elementos del grupo 5A y los elementos del grupo 6A como un componente esencial, y al menos un elemento seleccionado entre los elementos del grupo 3A, Si, Al y B como un componente opcional.
7. El método de formación de la capa de recubrimiento dura (3, 6, 7) según la reivindicación 6, en el que la capa de recubrimiento dura adicional y la capa de recubrimiento dura (3, 6, 7) están formadas alternativamente en una pluralidad de veces.

FIG. 1A

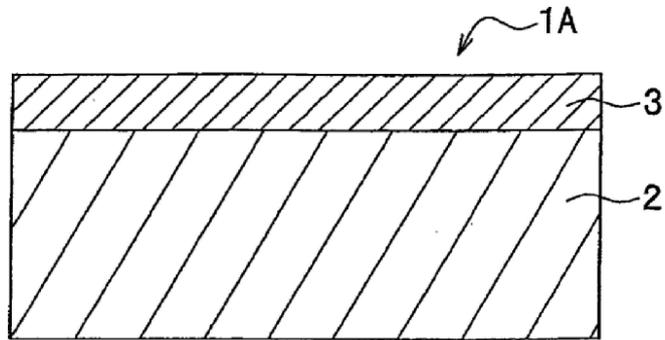


FIG. 1B

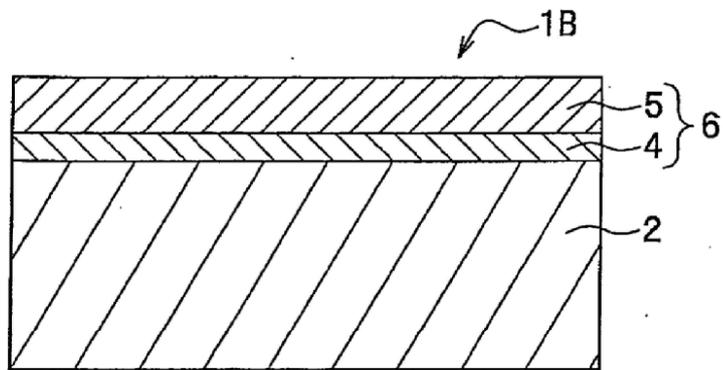


FIG. 1C

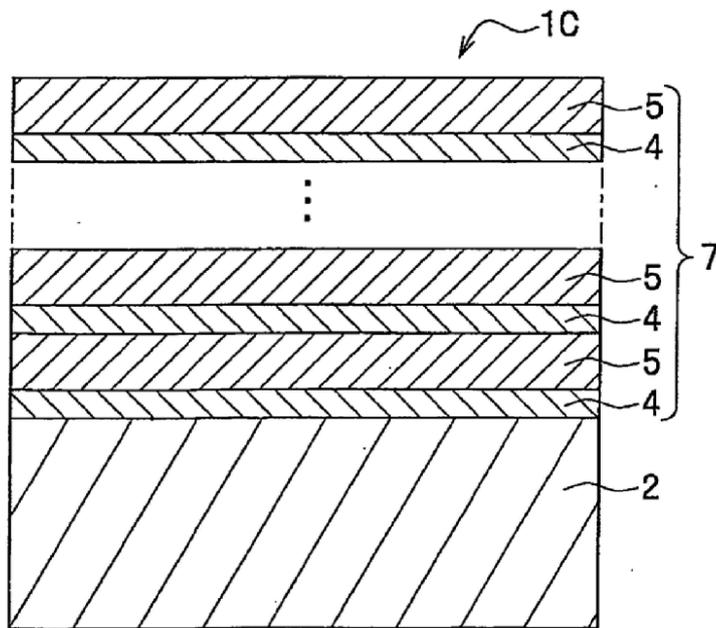


FIG. 2

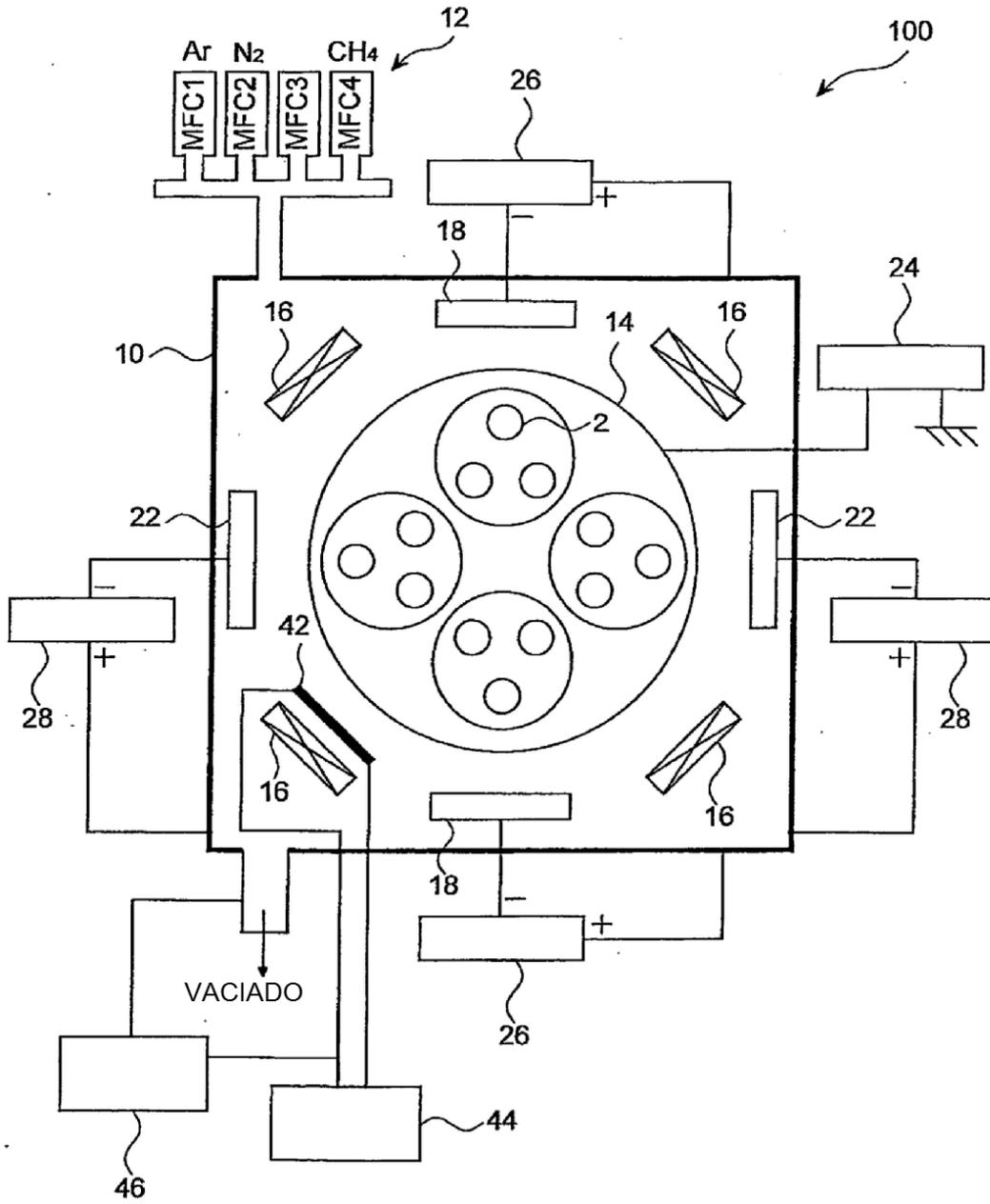


FIG. 3

